

Title	木材防腐剤の防腐効力試験：第2報 実験計画法について
Author(s)	布施, 五郎; 西本, 孝一
Citation	木材研究：京都大學木材研究所報告 (1962), 27: 1-14
Issue Date	1962-02
URL	http://hdl.handle.net/2433/52896
Right	
Type	Departmental Bulletin Paper
Textversion	publisher

木材防腐剤の防腐効力試験

第2報 実験計画法について

木材化学第2研究室 布施 五郎・西本 孝一

(昭和36年11月30日受理)

Goro FUSE and Koichi NISHIMOTO : Evaluation of Wood Preservatives by Soil-block Test II. On the Design and Analysis of Experiment.

防腐効力試験の目的は信頼性の高い結果がえられるものであることを建前にして各種の防腐剤間の防腐効力の大小を相互比較するとともに、すでに実際に長年使用されてきた防腐剤の性能と比較することによつて、新しい防腐剤の防腐効力が実際に使用された時にどの程度であるかを推定することであろう。従来この種の試験はいわゆる精密実験であつて、客観性がない再現性がないということになり、実際に欲しいのは種々の条件変化を許容した上でどちらが長い目で平均としてよいかを知りたいのである。またあらゆる因子を完全に固定するのは不可能に近く、これとこれとこれは条件を一定にしたのだが、それらの条件以外に気がつかなかつたものが変化しているかも知れない。こういうことをすべて完全に高効率で明らかにするには精密実験ではほとんど不可能で、たとえ可能としても莫大な時間と経費を要することだろう。このような精密実験のもつている2つの困難な点をうまく解決したのが実験計画法¹⁾²⁾の無作為化による方法で、ハンディキャップをつけないための根本的方策である。

筆者はかかる見地より数種の防腐剤を選び、防腐効力試験をおこなうにあたり、この実験計画法を応用し、より精確に結果を判断するために本実験をおこなつた。以下2項にわたり詳細なる説明をおこなうが、かかる研究例はいまだ類をみず、従来の結果判断より適確に比較判断を下せることが証明できたことは、今後防腐効力試験に1つの貴重なる資料を提供し得るものと信ずる。

1 JIS 効力試験結果の評価と誤差

JIS A 3902 にて規定されている試験方法は必ずしも満足すべき方法ではない。またここに取り上げられた因子もすべて完全とはいえない。この因子の取り上げ方は当然試験結果の評価に精密な関係があると同時に、重量減少率より求められた効力値が1条件5ケの試験片の算術平均にて比較する点にも問題がある。

この点実験計画法にて因子のとり上げ方、ならびに試験結果の評価を95%以上の信頼度で有意差検定をせんとした。

実験方法

JIS A 3902 に規定されているごとく試料としてつぎの薬剤を JIS A 3901 によつて調製した。すなわち各薬剤の成分を示すと

No. 1. BHC

15%

TCP+PCP (1 : 2)	10
ナフテン酸亜鉛	25
乳化剤	15
溶剤 (テトラリン)	残
No. 2. Cl-OPP	15%
TCP+PCP (1 : 2)	10
乳化剤	15
溶剤 (メチルナフタリン)	残
No. 3. PCP	10%
BHC	5
乳化剤	10
溶剤 (キシレン)	残
No. 4. JIS, K 1550 2種	

である。各薬剤の指定濃度は No. 1~No. 3 を5倍希釈溶液, No. 4 を 1.8 %とした。

供試菌は規定した *Poria vaporeia* (ワタグサレタケ) の他に *Polystictus sanguineus* (ヒイロタケ), *Polystictus versicolor* (カワラタケ) を追加した。培養基は木材学会誌³⁾に詳細に記載せる砂培養基を用い, 規定された木材片に対し各薬液 250±10 %の吸収率を有するものを試験体とした。

耐候操作ならびに抗菌操作は規定された方法に準拠したが, その回数および腐朽日数は Table 1 のごとく 20回および 30日, 60日を追加した。Table 1 に示す A~E の因子を $L_{64}(4^{21})$ を用いてわりつけ, 64種の条件にて試験体を作り, 各条件にて 3ヶずつの試験体をつくり, これを上記 3種類の菌で強制腐朽し重量減少率を求めるものとする。

Table 1 Factors and levels.

Level Factor	1	2	3	4
A (Preservatives) ¹⁾	No. 1	No.2	No. 3	No. 4
B (Concentration) ²⁾	0	1	1/5	1/10
C (Weathering)	0	3 cycles	10 cycles	20cycles
D (Decay Periods)	0	30 days	60 days	90 days
E (No. of Culture Jar)	1 5	2 6	3 7	4 8

1) Composition of preservatives are given in the text.

2) Concentration 1 is given in the text.

実験結果と考察

以上の実験によりえられた個々のデータによつて求められた各変動から分散分析表を作成すると Table 2 のようになる。A~B×C は e_1 で, K~B×C×K は e_2 で有意差検定をおこなうと, 表中の下の方の**印が99%の信頼度で * 印が95%の信頼度で有意な因子なることが明

Table 2 Table of Analysis of Variance.

Factor	S.S.	d.f.	M.S.	E	ρ
A	454.09	3	151.36	7568**	8.7
B	153.23	3	51.08	2554**	2.7
C	530.53	3	176.84	8842**	10.2
D	423.73	3	141.24	7062**	8.1
E	583.84	3	194.61	9731**	11.2
A × B	294.70	9	32.74	1637**	4.8
A × C	958.42	9	106.49	5325**	18.0
B × C	352.23	9	39.14	1957**	6.0
e ₁	0.45	21	0.02		
T'	3751.22	63			
K	103.30	2	51.65	7.45**	1.8
A × K	35.16	6	5.86	—	—
B × K	114.24	6	19.04	2.75*	1.6
C × K	107.76	6	17.96	2.59*	1.5
D × K	124.11	6	20.69	2.99**	1.8
E × K	140.53	6	23.42	3.38**	2.1
A × B × K	55.54	18	3.09	—	—
A × C × K	55.12	18	3.06	—	—
B × C × K	89.32	18	4.96	—	—
e ₂	471.44	42	11.22		21.5
T	5047.74	191			100

Note ** : significant at the 1% level of probability.

* : significant at the 5% level of probability.

d.f. : degrees of freedom.

S.S. : sum of squares.

M.S. : mean square.

ρ : contribution rate.

e : error.

T : total variance.

らかとなつた。但し K は菌の種類をあらわす。これらの有意な要因についてはグラフをかくと Fig. 1 のごとくである。本実験の目的が JIS に規定された試験方法の評価であつたゆゑ、要因の取り上げ方にかなり制限されたが、本実験の要因以外に、たとえば試験体の薬液吸収率、耐候操作法、木材片の形状などが防腐効力にかなり影響することは容易に想像される。

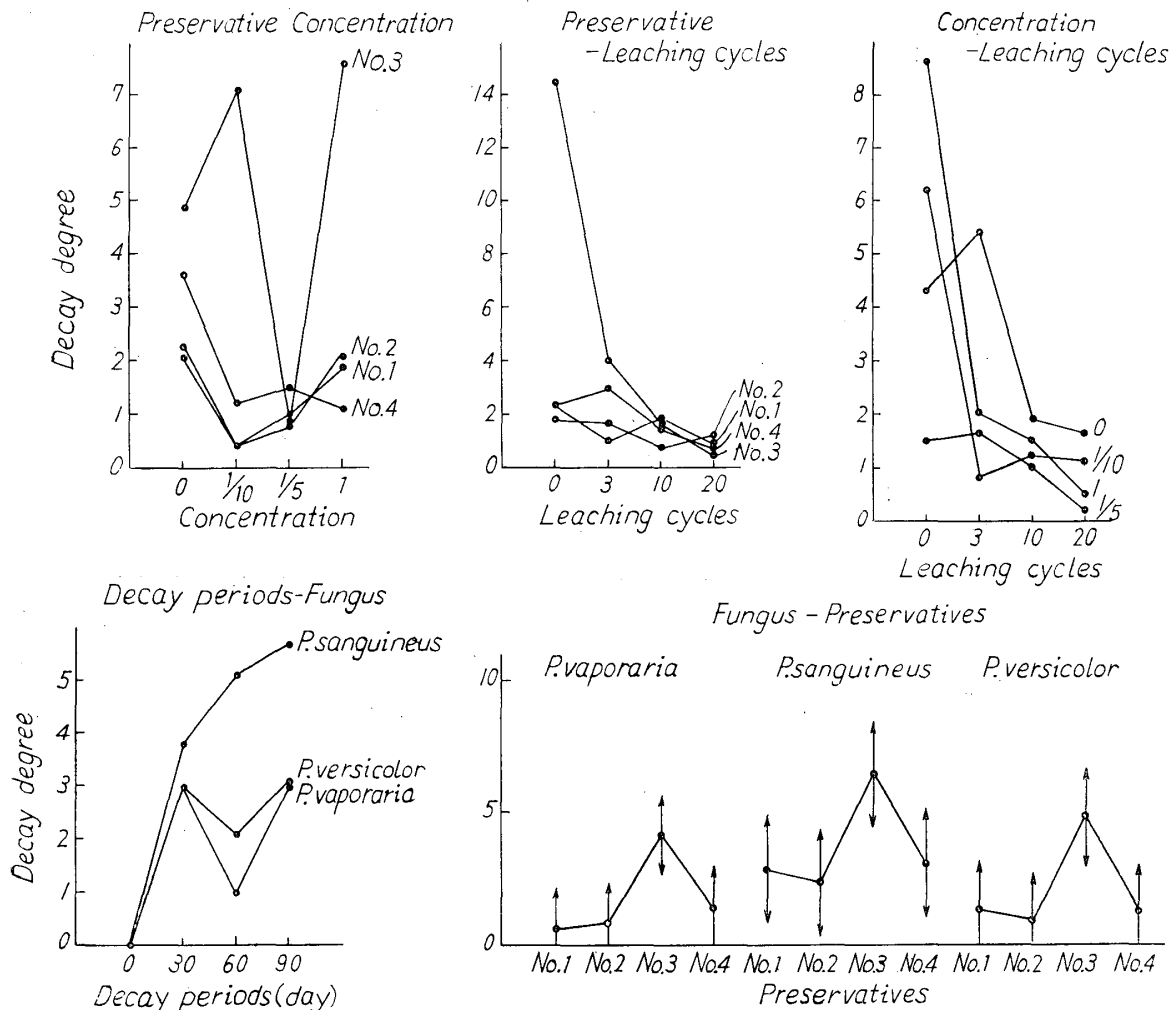


Fig. 1 Significant Factors on JIS Test.

薬剤間の効力の比較においては、No. 3 の薬剤が最も劣り他の 3 者は濃度、耐候操作の回数如何を問わずほとんど差異はない。

濃度については No. 4 の水溶性防腐剤を除いては必ずしも濃厚なものがよいとは限らなかった。これは供試薬剤が乳化液であるため、吸収率は 250 % 前後であつても有効成分の木材中への浸透はかなり小さいものと考えねばならない。そのため濃度差による材中の有効成分の含有量に大きな差が生じ難いものと思われる。

耐候操作では No. 3 の薬剤に特異な曲線が出たため有意となつたが、他の薬剤では回数による明確な差が生じなかつたことより、この程度の耐候操作では防腐効力に対する影響は小さいと考えるべきであろう。

腐朽期間は 3 種の菌とも長いほどよいが、*P. vaporaria* では規定された 90 日間は必要でないように考えるが、本実験に用いた以外の薬剤についても実験をおこなわねば確定的なことは断定できない。

1 ケの培養瓶にて全試験体を抗菌操作に供することが不可能なため、数ケのびんに分配しておこなつたが、その各びんの菌の腐朽力に差異があることが明確になつた。これは防腐効力試

験としてはかなり重大な問題があるゆえ，十分検討の上対策を考えねばならない。

Table 2 の寄与率 ρ は各要因の本実験結果に対する影響の大きさを示すもので，薬剤と耐候操作との交互作用，培養びん別の菌の活力，耐候操作などが大きいものであるが，本実験で取り上げた因子 A～E 以外のすべての他の要因 e による総合的寄与も大きいことが明らかとなった。

全般に JIS に規定された試験方法は，乳化液のごとき原液のまま木材中に浸透し難いと考えられた薬剤については，その薬液による木材片の処理方法を特別に考えるべきであろう。濃度の分け方は，規定通りでよいと思うが，耐候操作についてはかなり考慮すべき点がある。また木材片の薬剤吸収率を $250 \pm 10\%$ に限定すべきか否かは問題で，耐候操作との関連において検討すべきである。供試菌を 1 種に限定することは，危険率の多い結果を生ずる可能性が大きいゆえ，少なくとも褐色朽菌と白色朽菌とをそれぞれ 1 種ずつ選ぶべきである。

2 万能老化試験機活用による防腐効力試験結果の評価と誤差

前項における経験にもとづき，本項では防腐効力試験法のうち，耐候操作の重要性の大なるにかんがみ，とくに天然気候条件にできるだけ近い条件での操作という意味で，万能老化試験機に 1 ケ年間に相当する時間曝露する方法を採用し，従来の試験方法の概念にとらわれない考え方で前項同様の実験計画法による試験をおこなった。

実験方法

試料としては前項に用いた No. 1～No. 4 の薬剤に次の 2 種類を追加した。その成分は

No. 5 酢酸フェニル水銀＋フェニル水銀トリエタノールアンモニウム酢酸塩 7%
乳化剤・溶剤 93%

No. 6 JIS K 1553 1 号

である。No. 5 の指定濃度は 20 倍希釈，No. 6 は原液とした。

供試菌および培養基は前項と同様としたが，木材片は正常なるブナ・マツ・スギ各辺材より， $1 \times 1 \times 2 \text{ cm}$ の二方桁に作製した。木材片をかかる形状にした理由は重量減少量と同時に圧縮強度を測定し，結果を評価せんとしたためである。薬剤の種類が 6 種であるため，他の条件は同一にして 2 回同様な実験を繰返した。すなわち Table 3, 4 に示す A～F の要因を $L_{27}(3^3)$ を用いてわりつけ，27 種の条件の試験を 2 回繰返すことになる。

Table 3 Factors and Levels.

Level Factor	1	2	3
A (Preservatives)	No. 1	No. 3	No. 5
B (Concentration)	0	1	1/5
C (Decay Periods)	0	60 days	90 days
D (Retentions)	$50 \pm 5\%$	$75 \pm 5\%$	$100 \pm 5\%$
E (Wood Species)	BUNA	AKAMATSU	SUGI
F (No. of culture jar)	1	2	3

Table 4 Factors and Levels

Level Factor	1	2	3
A (Preservatives)	No. 2	No. 4	No. 6
B (Concentration)	0	1	1/5
C (Decay Periods)	0	60 days	90 days
D (Retentions)	50±5%	75±5%	100±5%
E (Wood Species)	BUNA	AKAMATSU	SUGI
F (No. of culture jar)	1	2	3

まず木材片を所定の注入量に達するごとく、定められた濃度の指定した薬剤を減圧または加圧注入法で注入し、1ヶ月間室内に放置する。その後各試験体を同時に万能老化試験機に208時間曝露する。耐候操作を終った試験体は、温度 $100\pm 2^{\circ}\text{C}$ で48時間乾燥し、約30分間デシケーター中に放置した後、0.01gまで秤量する。試験体は所定の培養びん中の供試菌の上にガラス棒をおき、その上に繊維方向を垂直にしてのせ、温度 $28\pm 2^{\circ}\text{C}$ のところに60日、90日間おく、所定腐朽期間を経過したのち順次試験体を取り出し、表面の菌糸その他の付着物を完全にとり除いて、約48時間風乾してから温度 $100\pm 2^{\circ}\text{C}$ で48時間乾燥し、約30分間デシケーター中に放置したのち0.01gまで秤量する。秤量後1週間室内に放置した後、4t アムスラー型木材万能試験機で圧縮強度を測定した。

実験結果と考察

上記の実験方法で求めた測定値より抗菌操作前後の重量差より各試験体の重量減少率を求め、同時に腐朽期間0日の試験体の各樹種別の圧縮強度の算術平均をその樹種の健全材の強度

Table 5 Table of Analysis of Variance

Based on Weight loss of Test I

Factor	S.S.	d.f.	M.S.	E	ρ
A	34.3	2	17.15	1.74	0.2
B	905.78	2	452.89	45.93*	16.8
C	564.19	2	282.09	28.61*	10.3
D	67.75	2	33.88	3.44	0.9
E	275.43	2	137.71	13.97*	4.8
F	311.90	2	155.95	15.82*	5.5
A × B	11.07	4	2.77	—	—
A × C	364.05	4	91.01	9.23*	6.1
B × C	465.52	4	116.38	11.80*	8.0
e ₁	48.66	2	24.33		

布施・西本：木材防腐剤の防腐効力試験（第2報）

T'	3030.65	26			
K	302.68	2	151.34	7.67*	5.4
A×K	130.87	4	32.74	1.66	1.7
B×K	134.15	4	33.54	1.70	1.7
C×K	218.73	4	54.68	2.77	3.3
D×K	233.65	4	58.41	2.96	3.7
E×K	140.74	4	35.18	1.78	1.9
F×K	206.46	4	51.61	2.62	3.1
A×B×K	398.18	8	49.77	2.52	5.9
A×C×K	127.95	8	15.99	—	
B×C×K	227.03	8	28.38	1.44	2.7
e ₂	108.73	4	27.18		18.0
T	5249.79	80			100

とし、他の残りの試験体の強度減少率を求める。ただしこの場合腐朽期間0日の試験体の強度減少率は0とする。かくして求められた各変動から分散分析表を作成すると Table 5~8 のようになる。前節と同様の解析をおこない、有意な要因についてグラフを画くと Fig. 2, 3 のようである。

Table 6 Table of Analysis of Variance.

Based on Strength Loss of Test I.

Factor	S.S.	d.f.	M.S.	E	ρ
A	247	2	124	1.44	—
B	6403	2	3202	37.23*	16.9
C	4967	2	2484	28.88*	12.9
D	878	2	439	5.11	1.5
E	261	2	131	—	—
F	937	2	469	5.46	1.7
A×B	1209	4	302	3.51	1.5
A×C	2956	4	739	8.59 ⁺	6.4
B×C	3405	4	851	9.89 ⁺	7.6
e ₁	83	2	42		
T'	21346	26			

K	1796	2	899	4.83 ⁺	4.1
A × K	406	4	102	—	—
B × K	673	4	168	0.90	—
C × K	964	4	241	1.30	0.8
D × K	1649	4	412	2.22	2.7
E × K	1312	4	328	1.76	1.8
F × K	1114	4	279	1.50	1.2
A × B × K	2464	8	308	1.65	3.1
A × C × K	455	8	57	—	—
B × C × K	791	8	99	—	—
e ₂	2820	4	705		37.8
T	35792	80			100

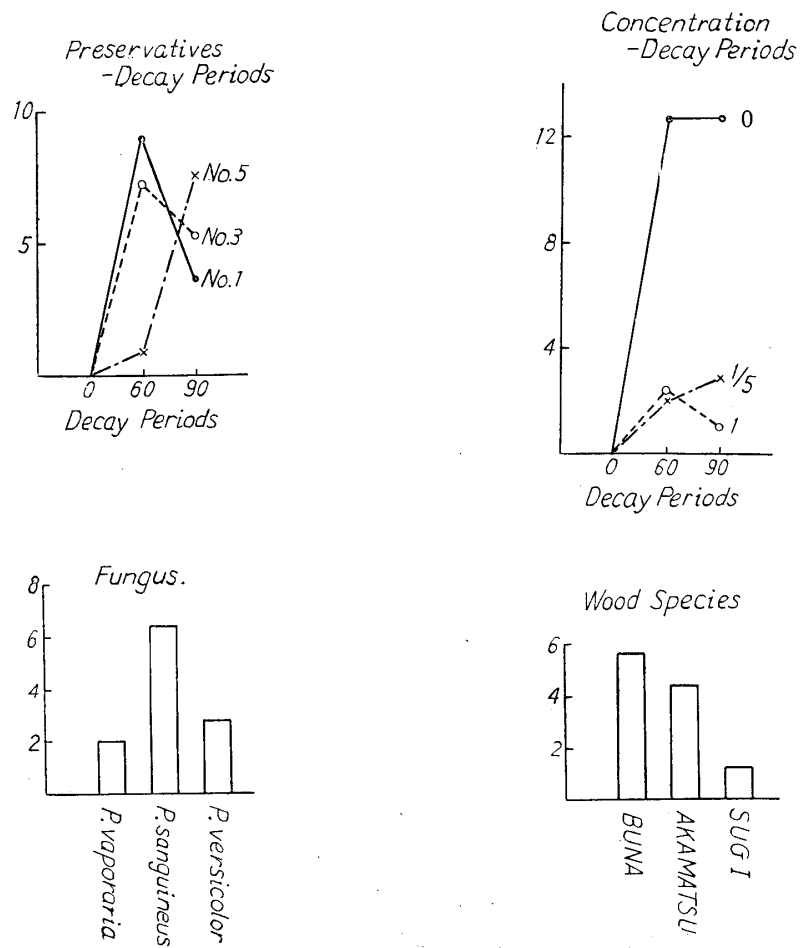


Fig. 2. Significant Facitors on Test I. By Weight Loss

Table 7 Table of Analysis of Variance.
Based on Weight Loss of Test II.

Factor	S.S.	d.f.	M.S.	F	ρ
A	93.77	2	46.89	9.10 ⁺	0.8
B	705.44	2	352.72	68.47*	12.2
C	811.30	2	405.65	78.76*	14.2
D	4.11	2	2.06		
E	25.03	2	12.52	2.43	
F	283.91	2	141.96	27.57*	4.4
A × B	151.62	4	37.91	7.36 ⁺	0.9
A × C	274.18	4	68.55	13.31 ⁺	3.2
B × C	422.49	4	105.62	20.51*	6.0
e ₁	16.47	2	8.24		
T'	2788.32	26			
K	170.62	2	85.35	2.84 ₊	2.2
A × K	365.87	4	91.47	3.04	4.9
B × K	139.10	4	34.78	1.16	0.7
C × K	128.57	4	32.14	1.07	0.5
D × K	62.89	4	15.72		
E × K	286.57	4	71.64	2.38	3.4
F × K	190.01	4	47.50	1.58	1.6
A × B × K	556.97	8	69.62	2.31	6.6
A × C × K	202.48	8	26.05		
B × C × K	106.05	8	13.26		
e ₂	344.71	4	86.18		38.4
T	5348.17	80			100.0

今、考察を進める便宜上 Table 3 の実験条件と Table 4 の実験条件との場合に分けて考えてみることにする。

まず Table 3 の条件すなわち薬剤 No. 1, No. 3, No. 5 を比較する場合、重量減少率にもとづく解析のときには有意な因子は濃度、腐朽期間、樹種、菌の活力、菌種であり、強度減少率にもとづく時には濃度、腐朽期間、菌種である。一般に木材の腐朽期間における木質的变化はまず木材成分の分解がおこり、続いて機械的性質の変化におよび、重量の減少が最終的に

Table 8 Table of Analysis of Variance.
Based on Strength Loss of Test II.

Factor	S.S.	d.f.	M.S.	F	ρ
A	893	2	447	6.04	0.6
B	4076	2	2038	27.54*	9.2
C	3835	2	1918	25.92*	8.5
D	145	2	73	—	—
E	269	2	135	1.82	—
F	1513	2	757	10.23+	2.3
A × B	2391	4	598	8.08	2.9
A × C	1244	4	311	4.20	—
C × B	2270	4	568	7.68+	2.5
e ₁	152	2	76		
T'	16788	26			
K	202	2	101	0.20	—
A × K	2424	4	606	1.17	3.0
B × K	702	4	176	0.34	—
C × K	180	4	45	—	—
D × K	219	4	55	—	—
E × K	1646	4	412	0.80	—
F × K	1441	4	360	0.70	—
A × B × K	2294	8	287	0.56	—
A × C × K	1438	8	180	0.35	—
B × C × K	649	8	81	—	—
e ₁	9280	4	2320		71.0
T	37263	80			100

生じてくると考えられる。それゆえ腐朽期間をある程度長くすると、腐朽はかなり進行して機械的性質の変化による樹種間の腐朽程度の差、または菌の活力による差などが小さくなり重量の減少が明らかに現われるようになる。とくに防腐剤の種類によつては、さらにこの傾向が顕著になるものと思う。薬剤間には有意の差はないが、あえて順位をつければ No. 5 No. 3, No. 1 となる。濃度は濃厚なほどよいという常識的な結果であるが、前項では若干矛盾した結果を生じていたことより考えると、耐候操作方法の違いによるものと思う。腐朽期間は60日も

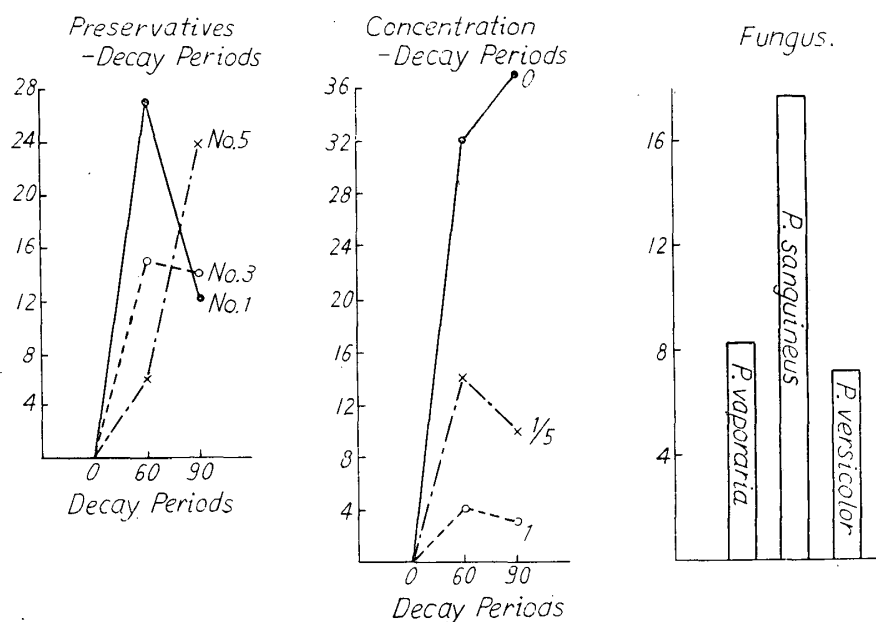


Fig. 3. Significant Factor on Test II. By Strength Loss.

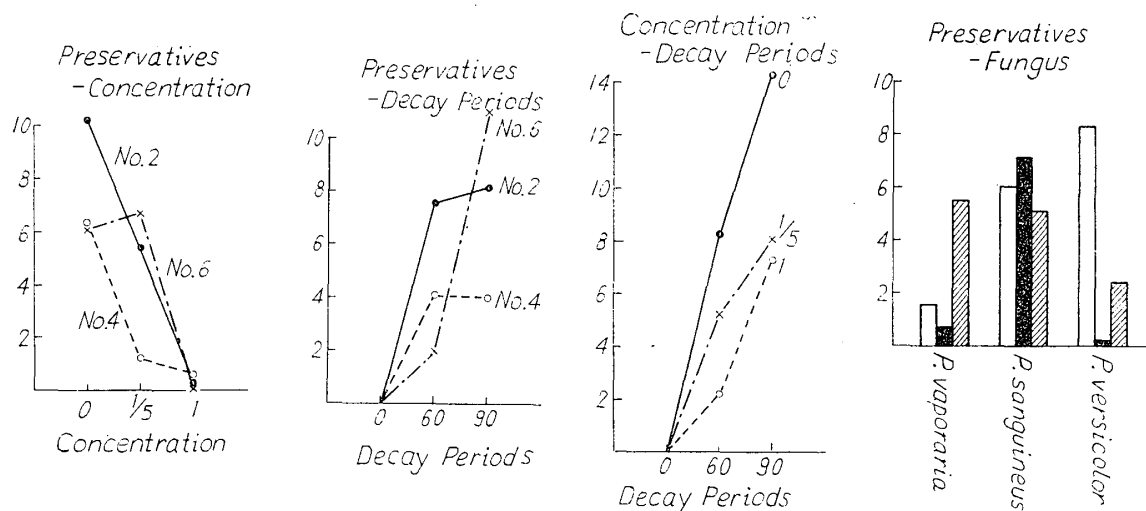


Fig. 4. Significant Factor on Test II. By Weight Loss.

90日も余り差がない。菌種については *P. sanguineus* が最も大きな腐朽力を示したが、これは培養条件がこの種の菌に最適で活力が3者のうちで最大であつたことに原因するのではないかと思う。

つぎに Table 4 の条件すなわち薬剤 No. 2, No. 4, No. 6 を比較する場合、重量減少率にもとづく解析の時には、有意な因子は薬剤、濃度、腐朽期間、菌の活力であり、強度減少率にもとづく時には濃度、腐朽期間、菌の活力である。本条件の場合も前条件と同様な傾向であるが、薬剤の種類によつては腐朽期間が長くなることにより、また濃度が低くなることにより急激に防腐効力が低下するものがあつたゆえ、腐朽期間は90日を必要とするようである。また薬剤と菌種との交互作用によつて理解されることは、薬剤の種類によつて菌に対する効力が違

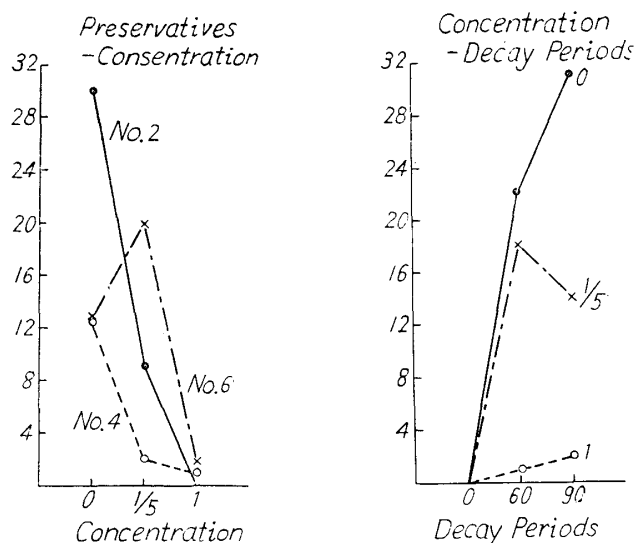


Fig. 5. Significant Factor on Test II. By Strength Loss.

うということである。たとえば3種の薬剤とも *P. sanguineus* には効力がうすいということは別にして、No. 2の薬剤は *P. vaporaria* に対しては比較的効力があるが、*P. versicolor* には効力がうすく、No. 4は *P. versicolor* にも強く、No. 6は *P. vaporaria* に効力がうすく、*P. versicolor* に比較的強いという傾向である。No. 2が *P. vaporaria* に効力がうすい理由として、本薬剤の有効成分たる銅化合物が *P. vaporaria* のシュウ酸醗酵により分解され効力を失なうためであると考えられる。

強度減少率にもとづいてデーターを解析した場合には、本実験にとり上げた因子 A~F 以外のすべての他の要因 e による総合的寄与が重量減少率にもとづくより大きい。全般に本実験でとり上げた因子のうち濃度が最も影響力大きく腐朽期間、濃度と腐朽期間との交互作用、薬剤と腐朽期間との交互作用、菌種などが比較的大きい。

結 論

防腐効力試験の結果をより高度に、より正確に評価し、かつ試験条件としてどの因子が影響大なるかなどを明確にする目的で本実験をおこないつぎの結論をえた。

- (1) 本実験は実験計画法の直交配列にもとづいて、防腐効力試験をおこなつたわけであるが、防腐薬剤の比較が客観性のある立場で判断出来る上に、他の関係因子の影響力も正確に把握しうる。
- (2) 実験回数の減少により試験期間の短縮が期待しうるに拘らず、精度の減少を来たさない。
- (3) 防腐効力試験の結果に関与する因子のうち耐候操作の影響は大きく、他の因子の影響力も耐候操作の方法によつて変化するように思われる。
- (4) 菌種は少なくとも褐色朽菌と白色朽菌とをそれぞれ1種ずつ選定すべきである。
- (5) 乳化液のごとく原液と同一濃度で木材に浸透し難いと考えられる防腐剤は、木材に対する処理方法を特別に考慮すべきであろう。

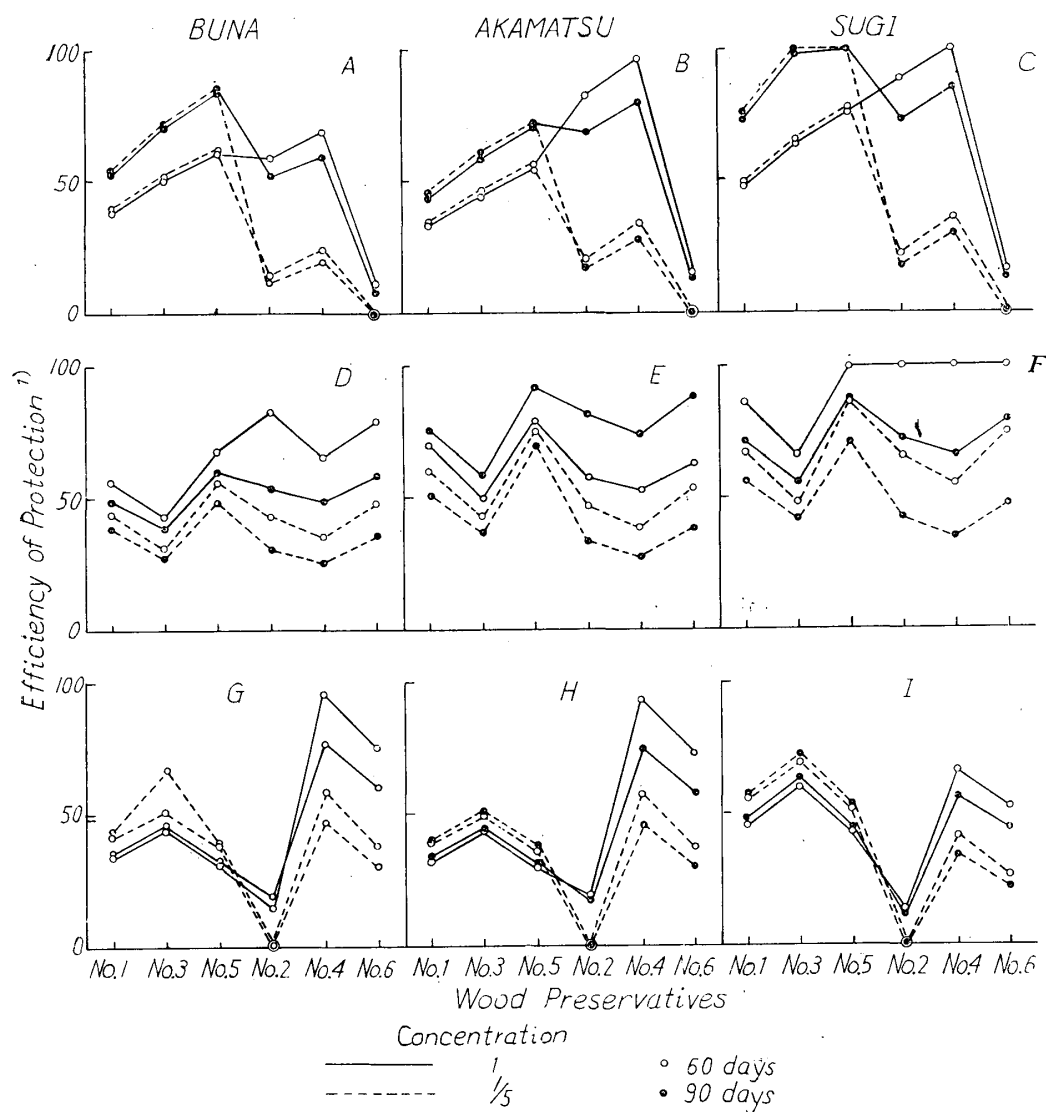


Fig. 6. Evaluation of Wood Preservatives.

A~C : *P. vaporaria* D~F : *P. sanguineus* G~I : *P. versicolor*

$$|D| = \frac{W_0 - W}{W_0} \quad W_0 : \% \text{ of weight loss of control pieces}$$

W : \% of weight loss of treated pieces.

Résumé

On the evaluation of wood preservatives, many studies were made of various factors separately. This report treats of many factors synthetically, never separately, under the same conditions and with the same materials.

Two experiments are described in this report. The test I was carried out on weathering method of leaching-drying cycles and the test II was on weathering method with Weather Meter. In the test I, five experimental factors were con-

sidered and six factors were in the test II. The factors and their levels adopted in both tests are shown in Table 1, 3 and 4. The preservatives used in this experiment were three kind of the emulsion containing BHC and PCP etc., and two kind of water-borne preservatives (JIS K 1550, No. 2 and K 1553, No. 1), and the emulsion containing organo-mercuric compounds. "No. of culture jar" in Table 1, 3 and 4 is considered as experimental factor in order to find out difference of decay activity of fungus in each jar.

Their factors were arranged for the orthogonal array table $L_{64}(4^{21})$ in the test I, and for the same table $L_{27}(3^{13})$ in the test II. The test method was carried out in accordance with testing method of JIS A 3902 in the test I, and was carried out in other method different from JIS in the test II. The average results of the test I, are shown in Table 2 and Fig. 1 and that of the test II in Table 5-8 and Fig. 2-6.

The results showed that the effect of factors affecting the permanence of preservative were in the following order: weathering method, concentration, decay periods and species of fungus.

文 献

- 1) 田口玄一, "実験計画法" 上・下 丸善 (1958) .
- 2) 日本化学会, 実験計画講習会テキスト 1~5 (1950~4) .